

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームド(参考)
G 1 1 B 5/851		G 1 1 B 5/851	5 D 0 0 6
5/82		5/82	5 D 1 1 2

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 9 頁)

(21)出願番号	特願平11-303544	(71)出願人	000005201 富士写真フイルム株式会社 神奈川県南足柄市中沼210番地
(22)出願日	平成11年10月26日(1999.10.26)	(72)発明者	長尾 信 神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内
		(72)発明者	西川 正一 神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内
		(74)代理人	100073184 弁理士 柳田 征史 (外1名)

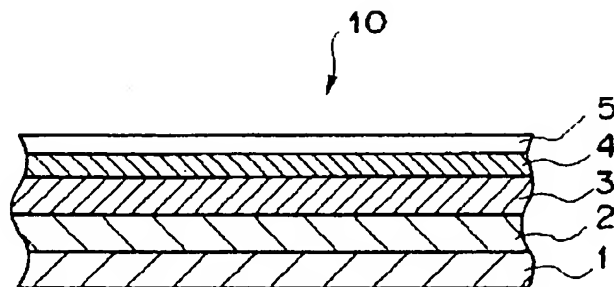
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体の製造方法及び磁気記録媒体

(57)【要約】

【課題】 磁気記録媒体のカールを抑え、MRヘッドで再生してもサーマルアスペリティーの発生の少ない磁気記録媒体を製造する。

【解決手段】 可撓性支持体1の両面にそれぞれ、少なくとも非磁性下地層2とC<sub>60</sub>を含有する磁性層3と少なくともC-Hを含む保護層4をこの順に積層してなる磁気記録媒体10の製造方法において、支持体1を枠で固定し、枠で固定された支持体1の両面に対して同時にスパッタリング法により非磁性下地層2を成膜し、次いで成膜された非磁性下地層2の各表面に対して同時にスパッタリング法により磁性層3を成膜し、さらに成膜された磁性層3の各表面に対して同時に、スパッタリング法またはCVD法により保護層4を成膜する。



# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 可撓性支持体の両面にそれぞれ、少なくとも非磁性下地層と磁性層をこの順に積層してなる磁気記録媒体の製造方法において、前記支持体を枠で固定し、該枠で固定された前記支持体の両面に対して同時にスパッタリング法により前記非磁性下地層を成膜し、次いで成膜された該各非磁性下地層の表面に対して同時にスパッタリング法により前記磁性層を成膜することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項2】 前記磁性層がC<sub>60</sub>を含有するものであることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】 成膜された前記各磁性層の表面に対して、さらに同時にスパッタリング法またはCVD法により少なくともC-Hを含む保護層を成膜することを特徴とする請求項1または2記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項4】 前記枠が円環状であることを特徴とする請求項1、2または3記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項5】 前記成膜時における前記枠の温度を20℃から170℃とすることを特徴とする請求項1から4いずれか1項記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項6】 請求項1から5いずれか1項記載の製造方法により製造されたことを特徴とする磁気記録媒体。

# 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は強磁性金属薄膜を磁性層とする薄膜型の磁気記録媒体及びその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】磁気テープ、フロッピーディスクあるいはハードディスク等の磁気記録媒体は一般に、非磁性支持体上に磁性層、保護層などを成膜する工程によって製造されている。このような磁気記録媒体においては、スパッタリング法や蒸着法等の真空成膜法によって作成した強磁性金属薄膜を記録層とする蒸着テープや薄膜型ハードディスク等の磁気記録媒体が実用化されている。上記のようなスパッタリング法や蒸着法によって磁性層を形成した磁気記録媒体は、高い磁気エネルギーが容易に得られ、さらに非磁性基板（支持体）の表面を平滑にすることによって平滑な表面性を容易に達成できるためスベージングロスが少なく、高い電磁変換特性を得ることができるため高密度記録材料に適している。特にスパッタリング法は蒸着法よりさらに磁気エネルギーを高めることができるため、ハードディスクのような高い記録密度が要求される媒体に採用されている。

【0003】一方、フロッピーディスク型の磁気記録媒体はハードディスクと比較して、耐衝撃性に優れ、低コストであるために2HDクラスを中心に非常に広く使用されている。最近では磁性層を薄層塗布法で作成する

いわゆるATOMM技術によって、3.5インチのフロッピーディスク1枚当たり100MBを越える容量の媒体が販売されるようになってきている。このフロッピーディスクによる記録再生は3000rpm程度の高速で行われるため、ハードディスクに近い高速の転送速度の実現を達成している。

【0004】しかしながら、フロッピーディスクの記録密度は未だ高性能ハードディスクの1/20以下である。これはハードディスクのように磁性層をスパッタリング法で作成しようとする試みは多数報告されているものの、未だ実用化には至っていないこと、さらに、記録密度を向上させるために重要な磁気抵抗効果型の磁気ヘッド（MRヘッド）を使用することがフロッピーディスクでは技術的に困難であることが大きな要因である。

【0005】フロッピーディスクにMRヘッドを使用することが困難であることには様々な理由があるが、その最大の理由としてフロッピーディスクとMRヘッドが接触する際に発生するノイズ、いわゆるサーマルアスぺリティーの問題をあげることができる。サーマルアスぺリティーは、ディスクとMRヘッドが接触した際に発生する摩擦熱等の影響によりMR素子の温度が変化して、磁気的信号とは関係なく再生ヘッドに出力変化を生じる現象である。このサーマルアスぺリティーの出力は磁気信号再生出力の数倍に達することがあり、このような場合、ヘッドアンプの飽和を招くため、信号の読み取りを行なうことができず読み取りにエラーが発生することになる。

【0006】MRヘッドを使用しているハードディスクでは、ハードディスクの回転数を増加させるとヘッドに働く浮上力の効果でヘッドが浮上し、ヘッドとハードディスクが接触しない状態で使用されるために、サーマルアスぺリティーは問題にならなかった。しかし、最近になってヘッドの浮上する高さが非常に低くなってきたため、ディスクとヘッドが衝突するようになりハードディスクにおいてもサーマルアスぺリティーが問題となってきている。

【0007】一方、フロッピーディスクの回転数をハードディスクと同様に増加させると、ディスクの振動（面ぶれ）が大きいため、ヘッドを安定に浮上させることができず、ヘッドとフロッピーディスクが頻繁に接触してしまうため、フロッピーディスクにおいてはサーマルアスぺリティーは大きな問題となる。また、フロッピーディスクの表面に粗大な突起があったり、あるいはフロッピーディスクの磁気記録媒体部分に反り（カール）が発生していれば、ディスクの面ぶれはさらに大きくなるため、ヘッドを安定に浮上させることができず、サーマルアスぺリティーはますます発生しやすくなる。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記事情に鑑みなされたものであり、磁気記録媒体の製造の際に生じ

やすいカールの発生を抑え、MRヘッドで再生してもサーマルアスぺリティーの発生が少なく、信頼性のある再生を達成できる、高容量の磁気記録媒体及びその製造方法を提供することを目的とするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、可撓性支持体の両面にそれぞれ、少なくとも非磁性下地層と磁性層をこの順に積層してなる磁気記録媒体の製造方法において、前記支持体を枠で固定し、該枠で固定された前記支持体の両面に対して同時にスパッタリング法により前記非磁性下地層を成膜し、次いで成膜された該各非磁性下地層の表面に対して同時にスパッタリング法により前記磁性層を成膜することを特徴とするものである。

【0010】本発明の磁気記録媒体の製造方法により製造される磁気記録媒体は、磁性層にC<sub>60</sub>を含有していることが好ましい。また、成膜された各磁性層の表面にさらに少なくともC-Hを含む保護層を有していることが好ましく、この保護層は磁性層の各表面に同時にスパッタリング法またはCVD法により成膜されることが好ましい。

【0011】可撓性支持体を固定する前記枠は、支持体のスパッタリングされる表面を確実に固定するものであれば、その形状は特に限定されるものではなく、四角状あるいは円環状等とすることができる。但し支持体を均等に固定することができ、枠の熱も均一になるという観点からは円環状であることが好ましい。なお、枠が円環状であっても支持体が円環状である必要はなく、支持体が枠で確実に固定されれば支持体の大きさや形状は限定されない。ここで、支持体を枠で確実に固定するとは、支持体の全周縁を枠で固定する場合や、支持体の方が枠より大きく枠の内側に支持体を完全に固定できる場合は含まれるが、支持体よりも枠の方が大きく枠の一部分でしか支持体を固定できないような場合や、支持体より枠の方が小さくても支持体を固定する枠の一部に空間が生じて支持体を完全に固定していないような場合は含まないことを意味する。

【0012】可撓性支持体を固定する枠の材質は、ステンレス、Al合金、Ni合金等の金属、テフロン、セラミック等を使用することができるが、耐熱性、剛性の観点からはAl合金が好ましい。

【0013】前記成膜時における前記枠の温度は、20℃から170℃が好ましく、20℃から70℃とすることがより好ましい。成膜時とは、スパッタリング法により成膜する時を意味するが、保護層をCVD法により成膜する場合も枠の温度を同様に調整することが好ましい。

【0014】枠の加熱方法は、上記の温度に調整することが可能であれば特に限定されるものではないが、赤外線装置が好ましい。

【0015】本発明の磁気記録媒体は、上述の製造方法

により製造されたことを特徴とするものである。なお、上記の磁気記録媒体は、可撓性支持体の両面にそれぞれ、非磁性下地層とC<sub>60</sub>を含有する磁性層をこの順に積層してなるもの、あるいは、さらにこれに少なくともC-Hを含む保護層を積層してなるものであるが、さらに必要に応じて潤滑層などの層を適宜積層することができる。

【0016】

【発明の効果】可撓性支持体の両面にそれぞれ、少なくとも非磁性下地層とC<sub>60</sub>を含有する磁性層をこの順に積層してなる磁気記録媒体の製造方法において、本発明は、可撓性支持体を枠で固定し、枠で固定された支持体の両面に対して同時にスパッタリング法により非磁性下地層を成膜し、次いで成膜された各非磁性下地層の表面に対して同時にスパッタリング法により磁性層を成膜することとしたので、従来の片面ずつスパッタリングを行っていた製造方法に比較して、はるかに磁気記録媒体のカールの発生を抑えることができ、サーマルアスぺリティーの発生を効果的に少なくすることが可能となる。

【0017】この顕著な効果は枠で固定した支持体を同時にスパッタリングすることにより得られると考えられる。スパッタリングによる成膜時には、通常支持体を加熱した状態で成膜するが、この加熱の際の温度上昇時には、枠は熱膨張し、一方温度下降時には収縮することになる。この枠に生じた膨張、収縮は枠に固定された支持体にそのまま伝わるが、支持体への伝わり方は支持体の場所によって異なり一様でないため、枠の温度上昇の回数が増えるとカールがこれに比例して大きくなる傾向になる。両面同時にスパッタリングをすれば、片面ずつスパッタリングする場合に比較して、枠の膨張、収縮は半分の頻度となり、従ってカールの発生を抑制することができると考えられる。また、片面ずつスパッタリングを行うと、支持体を中心としてスパッタリングを行った面と行っていない面が一時的に存在するために表裏の歪が異なり、スパッタリングを繰り返すことで、歪が蓄積してカールが発生しやすくなるが、両面同時にスパッタリングを行うことにより、常に支持体を中心として表裏の状態が同じであるために、カールの発生を抑えることが可能になると考えられる。

【0018】なお、枠を円環状とすれば、枠の温度が均一となり、枠の膨張、収縮をより均等に行うことができるので、磁気記録媒体のカールを抑え、サーマルアスぺリティーの発生をより抑えることができる。

【0019】また、前記成膜時における前記枠の温度を20℃から170℃とすると、枠の膨張が一様に生じないことから支持体に生じるカールが少なくなり、よりカールの発生を抑えることが可能となる。

【0020】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して本発明の好ましい実施の形態について説明する。図1は本発明によ

る磁気記録媒体の層構成の一例を示す部分断面図である。磁気記録媒体10は、可撓性支持体1の両面に、非磁性下地層2と、磁性層3、さらに保護層4、潤滑膜5を積層した構成となっている。なお図面は可撓性支持体1の片面のみを示したものであり、実際に形成される磁気記録媒体10は、可撓性支持体1の両面に上記層が対照に積層されている。以下、この構成を例にとりながら本発明の磁気記録媒体の製造方法について説明する。

【0021】図2は、可撓性支持体の両面に同時にスパッタリングを行うスパッタリング装置の一例を示す概略断面図、図3は、図2の基板と枠の一部を拡大した部分拡大断面図である。スパッタリング装置20は、スパッタリングを行うスパッタ室21と、このスパッタ室21にスパッタガスを導入するガス導入口22とスパッタガス排気口23、さらにスパッタリングの対象となる基板26に同時にスパッタ成膜するためのスパッタリングターゲット24a、24bと、基板26を固定する枠27と、スパッタリングターゲット24a、24bの間で枠27を支持する支持台28からなるものである。なお、ここで、基板とはスパッタ成膜を行う対象となるものである。基板26は、図3に示すように、A面基板ホルダー25aに設けられたクッション材30とB面基板ホルダー25bに設けられたバネ31により枠27に固定されている。基板の固定方法は、図4に示すように、基板ホルダー取り外し側33aと基板ホルダー固定側33bとにそれぞれ設けられた基板固定部品32により固定されるものであってもよい。図5は、基板を固定した状態の枠の平面図であるが、これに示すように、基板26（斜線部分）の周縁は枠27で完全に固定され、実線の円で示された内部Sがスパッタリングにより成膜される。なお、枠27は、図5に示すような円環状のものには限られず、たとえば図6に示すような成膜領域Sを四角形状とするものであってもよい。

【0022】スパッタ室内のスパッタ圧力は、図示されていないマスフローコントローラを通じてスパッタガス（例えばArガス）を導入し、 $6 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-2}$  Torrの範囲の任意のスパッタ圧力に設定されている。スパッタ圧力が下限値の $6 \times 10^{-4}$  Torr以下では、これらスパッタリングカソードのグロー放電を安定に維持することが困難であり、また、このようなガス導入系/真空排気系の装置ではスパッタ圧力の上限値である $1 \times 10^{-2}$  Torr以上のスパッタ圧力を得ることが困難だからである。

【0023】上記スパッタリング装置の動作方法について説明する。可撓性支持体（基板）26を枠27で固定し、スパッタ室21の支持台28に配置し、枠27で固定された支持体26の両面に対して、同時にスパッタリング法により非磁性下地層を成膜し、次いで支持体26の両面に成膜された非磁性下地層の両表面に対して同時にスパッタリング法により磁性層を成膜する。スパッタ

リングは、スパッタリングターゲット24a、24bに接続されているスパッタリング電源（図示せず）からスパッタリングターゲット24a、24bにスパッタパワーを印加することにより行われる。スパッタリング法による成膜に際しては、基板を加熱した状態で成膜することが好ましく、具体的には $100^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ 程度に基板を加熱して行うことが好ましい。

【0024】成膜時における枠27の温度は、 $25^{\circ}\text{C}$ から $170^{\circ}\text{C}$ とすることが好ましく、枠をこのような所定の温度に設定することができれば、その方法は特に限定されるものではないが、例えば、熱電対を所定の位置にセットして加熱条件と温度を把握した後、熱電対をはずしてその条件で枠を加熱することで所望の温度にすることが可能である。

【0025】次に、磁気記録媒体を構成する支持体及び各層について説明する。可撓性支持体としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリイミドフィルム、ポリアミドフィルム等が好ましい。可撓性支持体の厚みは薄すぎると磁性層や保護層の影響を受けて、静的なカールや変形が大きくなり、厚すぎるとヘッドとディスクが接触したときの衝撃を緩和することができないので、 $20 \mu\text{m} \sim 200 \mu\text{m}$ の厚みであることが好ましい。

【0026】可撓性支持体が鏡面に近く平滑である場合には、この上に直接表面突起を形成するための微粒子を付与してもよいが、可撓性支持体が十分に平滑でない場合には、まず可撓性支持体の表面に平滑化を目的とした下塗膜を作成することが望ましい。この場合、下塗膜の素材としては平滑化効果の高い熱硬化型イミド樹脂や熱硬化型シリコン樹脂を用いることが好ましい。この下塗膜の厚みは、 $0.1 \mu\text{m} \sim 3 \mu\text{m}$ が好ましい。熱硬化型樹脂は例えばエポキシ基を有するシランカップリング剤を含有するモノマーを塗布した後、熱硬化させる方法によって作成できる。

【0027】非磁性下地層は、磁性層の静磁気特性を改善するための層であって、その組成としては公知の金属または合金など、たとえば、Cr、V、Ti、Ta、W、Si等またはこれらの合金を使用することができ、特にCr、Cr-Ti、Cr-Vがより好ましい。下地層の厚みは $5 \text{ nm} \sim 50 \text{ nm}$ 、さらには $10 \text{ nm} \sim 30 \text{ nm}$ が好ましい。さらに下地層の結晶配向性を制御するために、下地層の下にシード層を用いてもよく、シード層の組成としてはTa、Mo、W、V、Zr、Cr、Rh、Hf、Nb、Mn、Ni、Al、Ru、Tiまたはこれらの合金、より好ましくはTa、Cr、Tiまたはこれらの合金が好ましく、またシード層の層厚は $15 \text{ nm} \sim 60 \text{ nm}$ が好ましい。

【0028】磁性層となる強磁性金属薄膜の組成としては、コバルトを主体とした合金またはこれに酸化ケイ素などの非磁性物質を添加したものを使用することができ

る。合金の具体例としては、Co-Cr、Co-Ni-Cr、Co-Cr-Ta、Co-Cr-Pt、Co-Cr-Ta-Pt、Co-Cr-Pt-Si、Co-Cr-Pt-B等が好ましく、特に電磁変換特性を改善するという観点からはCo-Cr-Pt、Co-Cr-Ta-Ptがより好ましい。磁性層の層厚は10nm～30nmが好ましい。

【0029】本発明の磁気記録媒体においては走行耐久性および耐食性を改善するため、強磁性金属薄膜上に保護層を設けることが好ましい。保護層の材質としては、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニア、酸化コバルト、酸化ニッケルなどの酸化物、窒化チタン、窒化ケイ素、窒化ホウ素などの窒化物、炭化ケイ素、炭化クロム、炭化ホウ素等の炭化物、グラファイト、無定形カーボンなどの炭素が挙げられるが、少なくともC-Hを含むもの、中でも摺動中に焼付きを生じにくく、その効果が安定している硬質炭素膜が好ましい。

【0030】硬質炭素膜は、グラファイト、ダイヤモンド構造、もしくはこれらの混合物からなるカーボン膜であり、特に、一般にダイヤモンド状炭素膜(DLC膜)と呼ばれるものが好ましい。DLC膜は、プラズマCVD法、スパッタリング法等で作成したアモルファス炭素膜で、非導電性であり、微視的には $sp^2$ 結合によるクラスターと $sp^3$ 結合によるクラスターの混合物である。このDLC膜はビッカース硬度で1000kg/mm<sup>2</sup>以上、さらには、2000kg/mm<sup>2</sup>以上であることが好ましい。DLC膜の構造をラマン分光分析によって測定した場合には、1540cm<sup>-1</sup>付近にいわゆるGピークと呼ばれるメインピークが、1390cm<sup>-1</sup>にいわゆるDピークと呼ばれるショルダーが検出されることによって確認することができる。これらの硬質炭素膜はスパッタリング法によって作成することもできるが、生産性、品質の安定性、厚み10nm以下の超薄膜でも良好な耐摩耗性を確保できること及びピンホールの発生を少なくすることができること等からCVD法によって作成することが好ましく、特にプラズマCVD法によって、メタン、エタン、プロパン、ブタン等のアルカン、あるいはエチレン、プロピレン等のアルケン、またはアセチレン等のアルキンをはじめとした炭素含有化合物を分解して生成した化学種を基板に負バイアス電圧を印加し加速して堆積する手法が好ましい。また、反応ガス中に窒素ガスを導入して、成膜される膜中に窒素を含有させることによって膜の摩擦係数を減少させることができる。保護膜の膜厚が厚いと電磁変換特性の悪化や磁性層に対する密着性の低下が生じ、膜厚が薄いと耐摩耗性が不足するため、膜厚は2.5～20nmが好ましく、とくに5～10nmがより好ましい。

【0031】このようにして得られた平滑な可撓性支持体の上、または下塗膜の上、非磁性下地層の上、または磁性層の上、または保護層の上のいずれかに、高さが均

一で低い微小突起を設けることが好ましい。微小突起を剥がれにくくするという観点からは、非磁性下地層の上または下塗膜の上のいずれかに微小突起構造を設けることが好ましい。このような微小突起を設けることで、常に高さのそろった突起がヘッドに対して複数個接触することになり、低く安定した摩擦を得ることができるので、ヘッドとディスクは安定した接触状態を保つことが可能となる。このため接触摺動であっても、MRヘッドの温度変化を少なく抑えることができ、サーマルアスペリティーの発生を少なくすることが可能となる。

【0032】具体的には、微小突起はディスク表面において、直径が30nm～200nm、高さが15nm～70nmの大きさで、1平方μm当たり1～100個の密度で分布していることが好ましい。さらには、直径が50nm～150nm、高さが20nm～50nmの大きさで、1平方μm当たり3～30個の密度で分布していることがより好ましい。なお、この微小突起の直径、高さ、密度はいずれも平均値である。微小突起の高さが高すぎたり、高さに広ばらつきがあると、突起の高い部分のみが記録再生ヘッドと接触するために局在的な摩擦により電磁変換特性が劣化してフロッピーディスクの寿命が短くなる。一方低すぎると手動特性の改善効果が少なくなつて、ヘッドの跳躍やサーマルアスペリティーを発生しやすくなる。

【0033】この突起の大きさや高さはSEMやAFMなどの公知の測定方法で測定することができる。高さ分布の調べ方は、分布を知るのに十分な数の突起が存在する面積についてAFMの測定を行い、平均的な基準面から特定の高さのスレッショールド面を設けたとき、そこに存在する突起数を計測し、突起の高さの分布を測定する。この突起分布の測定においては、磁性層内の粒子など10nm以下の低い突起成分であつて、意図して設けていない突起を検出するため、SEMによる観察を併用する。SEMにおいて意図して設けた突起密度(D)を測定し、AFMと突起分布からその突起密度(D)に相当する突起高さを求めると、突起の中の最も低い成分の突起高さ( $H_L$ )が測定できる。突起の多くはこの $H_L$ から高さ30nmの範囲に存在することが好ましい。つまり $H_L$ よりも30nm高い面( $H_L + 30nm$ )での突起密度(D30)は、 $D30/D < 0.10$ 、さらには $D30/D < 0.01$ が好ましい。

【0034】このような微小突起構造を作成する方法としては、溶剤に分散した球状シリカ粒子を塗布する方法、エマルジョンを塗布して有機物の突起を形成する方法などが使用できるが、均一な粒子サイズを達成するためにはシリカ粒子がより好ましい。また突起を表面に固定するためにバインダを用いることも可能である。バインダの素材としては、熱硬化性イミドや熱硬化性シリコン樹脂が特に好ましい。上述したように、微小突起はディスク表面で、直径30nm～200nmであつて高さ

が15nm~70nm、密度が1平方μm当たり1~100個の範囲であることが好ましいが、このような微小突起を形成するためにはこの突起の上に成膜する磁性層あるいは保護層等の厚みを考慮して粒子サイズを決めることが必要である。

【0035】本発明の磁気記録媒体においては、走行耐久性および耐食性を改善するため、上記保護層上にさらに、潤滑膜や防錆膜を作成することがより好ましい。潤滑膜としては公知の炭化水素系潤滑剤、フッ素系潤滑剤、極圧添加剤などを使用することができる。

【0036】炭化水素系潤滑剤としてはステアリン酸、オレイン酸等のカルボン酸類、ステアリン酸ブチル等のエステル類、オクタデシルスルホン酸等のスルホン酸類、リン酸モノオクタデシル等のリン酸エステル類、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等のアルコール類、ステアリン酸アミド等のカルボン酸アミド類、ステアリルアミン等のアミン類などが挙げられる。

【0037】フッ素系潤滑剤としては上記炭化水素系潤滑剤のアルキル基の一部または全部をフルオロアルキル基もしくはパーフルオロポリエーテル基で置換した潤滑剤が挙げられる。パーフルオロポリエーテル基としてはパーフルオロメチレンオキシド重合体、パーフルオロエチレンオキシド重合体、パーフルオロ $n$ -プロピレンオキシド重合体(CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>、パーフルオロイソプロピレンオキシド重合体(CF(CF<sub>3</sub>)CF<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>、またはこれらの共重合体等が好ましい。また、フォスファゼン環にフッ素またはフッ化アルキル基を導入した化合物も熱的、化学的に安定であり使用することができる。

【0038】極圧添加剤としてはリン酸トリラウリル等のリン酸エステル類、亜リン酸トリラウリル等の亜リン酸エステル類、トリチオ亜リン酸トリラウリル等のチオ亜リン酸エステルやチオリン酸エステル類、二硫化ジベンジル等の硫黄系極圧剤などが挙げられる。

【0039】上記潤滑剤は単独もしくは複数を併用して使用することができる。これらの潤滑剤を磁性層もしくは保護層上に付与する方法としては、潤滑剤を有機溶剤に溶解し、ワイヤーバー法、グラビア法、スピンコート法、ディップコート法等で塗布するか、真空蒸着法によって付着させればよい。潤滑剤の塗布量としては1~30mg/m<sup>2</sup>が好ましく、2~20mg/m<sup>2</sup>がより好ましい。

【0040】防錆剤としてはベンゾトリアゾール、ベンズイミダゾール、アリン、ピリミジン、テトラザインデン環化合物等の窒素含有複素環類およびこれらの母核にアルキル側鎖等を導入した誘導体、ベンゾチアゾール、2-メルカプトンベンゾチアゾール、チオウラシル化合物等の窒素および硫黄含有複素環類およびこの誘導体等が挙げられる。

【0041】本発明の磁気記録媒体をフロッピーディス

クとして使用する場合にはフロッピーディスクを公知のとおりシェルに組み込んだ状態で使用する。シェルは外部からの汚れの付着を防止するだけでなく、フロッピーディスクの回転安定性を確保する上で非常に重要である。

【0042】また、このシェルの内部のディスクと接触する面にはライナーが付与されていることが好ましい。このライナーは従来のライナー同様に塵埃をクリーニングする効果に加え、フロッピーディスクとシェルの接着を防止する機能も有する。ライナーの材質は特に限定されるものではなく、たとえばレーヨン繊維、ポリノジック繊維、キュプラ繊維、アセテート繊維等のセルロース系繊維を中心としてポリエステル系繊維、アクリル系繊維を配合した不織布を使用することができる。また、ライナーには防錆剤、潤滑剤、制電剤、防かび剤などが含有されていてもよい。

【0043】次に、本発明の磁気記録媒体を用いた磁気記録方式について、図7、図8を用いて簡単に説明する。磁気記録再生においては、サスペンション42の先端にMRヘッド43(図8参照)を搭載したスライダー44によって、可撓性支持体の両面に強磁性金属薄膜を成膜してなる円環板状のフロッピーディスク40を挟みながらフロッピーディスク40を回転させ、接触状態のMRヘッド43によって記録再生を行う。すなわち、フロッピーディスク40は中心部分がセンターコア45のフランジ部45aに固着され、このセンターコア45がドライブの駆動機構に保持されて2000rpm以上の高速で回転させられ、MRヘッド43付近に設置した記録ヘッドで信号を書き込み、MRヘッド43で再生を行う。MRヘッド43はハードディスクで一般的に用いられているものと同様に、走行時に浮上するように設計されたスライダー44に搭載される。このスライダー44は荷重を調整するためのサスペンション42の先端に取り付けられヘッドアッセンブリ41を形成する。

【0044】上記スライダー44は、図8に示すように、フロッピーディスク40の表面と対向する面の両側に突起状のエアーベアリング44aを有し、端部側にMRヘッド43が固着されている。上記エアーベアリング44aは、その設定形状に伴い、フロッピーディスク40の回転によって発生するエア流により、フロッピーディスク40の表面から浮上する圧力、または、フロッピーディスク40の表面に吸着する圧力を生じるものであり、このスライダー44を保持する前記サスペンション42の付勢力との関係によって、MRヘッド43(スライダー全体)の接触荷重は9.8~58.8mN(1~6gf)となるように設定される。

【0045】スライダー44は、ハードディスク用として知られている一般的なものを使用することができ、例えば、テーパフラット型正圧スライダーや、この正圧スライダーのレールにスロットを設けたもの、トライバ



ットスライダー、負圧スライダー等を使用でき、中でもテーパフラット型の正圧スライダーやこの正圧スライダーのレールにスロットを設けたものがフロッピーディスクと組み合わせた場合、ディスクの面ぶれの影響を受け難いため好ましい。このスライダーは例えばAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・TiC等のセラミックを材料として作成し、摩耗を防止するため、その表面にDLCを設けたものが好ましい。このDLCは前述の保護層と同様に作成できるが、ヘッドとディスク摩耗のバランスを考慮して、ディスクの保護層よりも硬度を高く設定することが好ましい。

【0046】サスペンションもハードディスク用の一般的なものを使用することができる。中でも、その適正荷重が9.8〜58.8mN(1〜6gf)程度のものが適している。荷重がこれよりも軽いと、ヘッドはディスクから跳躍しやすくなり、再生信号のドロップアウトが発生する。逆に荷重がこれよりも重いとディスクが摩耗しやすくなり、ディスクの寿命が短くなってしまう。

【0047】前記フロッピーディスク40とスライダー44(MRヘッド43)との接触状態は、公知の解析手法によって知ることができる。例えばスライダー44またはサスペンション42に、アコースティックエミッションセンサー(AEセンサー)を搭載して、その出力をモニターするか、高性能歪みゲージで摩擦力を測定し、その周波数解析を行うことで知ることができる。またはレーザードップラー振動計などの高精度な変位計でスライダーとフロッピーディスクの振動を詳細に観察すればある程度、接触の発生および接触荷重を類推することができる。

【0048】このように、フロッピーディスク装置にハードディスクと同様の素材を用いることができるので、ヘッドディスクインターフェースでハードディスクと同様の低いスペーシングを安定して維持することが可能となり、フロッピーディスクにもかかわらず、ハードディスク並の面記録密度を達成することができる。

【0049】また、このときヘッドとディスクが接触摺動していると考えられるにもかかわらず、サーマルアスペリティーがほとんど発生しないのは、浮上型スライダーと組み合わせても、スライダーは浮上せず、安定な接触摺動、またはスライダーとディスクが頻繁に僅かに接触する疑似接触摺動になるためであると考えられる。例えば保護層の層厚が異なる金属薄膜媒体を用いて磁気的スペーシングを計算すると、そのスペーシング量が保護層の厚みと表面粗さの和にほぼ等しく、フライング量がほぼ0であることや、短時間走行させただけのディスクをTOF-SIMSで観察すると走行トラックのほぼ全周に亘って固体潤滑剤がならされた痕跡が観察できることから推測することができる。

【0050】このような安定した接触摺動、または疑似接触摺動を得ることが可能となったのは、フロッピーディスクのカールの発生が本発明の磁気記録媒体製造方法

により極力抑えられているためである。すなわち、本発明の製造方法により製造されたフロッピーディスクは、高速回転時のディスクの面ぶれが小さく、ヘッドの跳躍を防止することができる。従って、サーマルアスペリティーがほとんど発生せず、MRヘッドを用いても従来のようにエラーが生じることを極力抑えることができる。以下に実施例を示す。

【0051】(実施例1) 厚み75μmのポリイミドフィルム(両面に熱硬化型イミド樹脂(丸善石油化学社製BANI-NB)をイソプロパノール、エタノール、シクロヘキサノンの混合溶剤に溶解した溶液を細孔径0.1μmのメンブランフィルターで濾過したのち、ディップコート法で塗布し、250℃で12時間加熱し、厚み1.7μmの下塗膜を作成した。この上にシクロヘキサノンに分散したオルガノシリカゾルをディップコート法で塗布した後、260℃で1時間乾燥して、下塗膜表面に突起を形成した。次にこの支持体を円形枠に挟み込んだ状態で磁性層形成用のスパッタリング装置に設置し、支持体を赤外線ヒータにより200℃に加熱したのち、DCマグネトロンスパッタリング法で両面同時にCr-Ti、Ta、Cr-Tiの非磁性下地層をそれぞれ30nm、20nm、60nmの厚みで成膜し、引き続き両面同時にCo-Cr-Pt磁性層を25nmの厚みで成膜した。このときの円形枠の温度は200℃であった。CVD装置でさらにこの磁性層表面をアルゴングローによってクリーニングした後、磁性層に−400Vのバイアスを印可した状態でこの上にRFプラズマCVD法によって、両面同時に厚み20nmのDLC保護層を成膜した。次に、成膜したものをホルダーから取り出し、保護層上にパーフルオロポリエーテル系潤滑剤(アウジモン社製FOMBLIN Z-DOL)とフッ素を導入したフォスフェン環化合物(ダウケミカル社製X-1P)をフッ素系溶剤(住友3M社製HFE-7200)に溶解した溶液を細孔径0.1μmのフィルターで濾過したのち、ディップコート法で塗布して厚み1nmの潤滑膜を作成した。そしてこれを3.7インチの磁気ディスク形状に打ち抜き、シェルに組み込んでフロッピーディスクを作成した。

【0052】(実施例2) 枠と赤外線ヒータの間に厚さ1mmのステンレスのシールド板を置くことで枠の温度を120℃に抑えた以外は、実施例1と同様にフロッピーディスクを作成した。シールド板は、枠と同型状でやや寸法を大きくし完全に枠をカバーできるものを用いた。

【0053】(実施例3) 1mmのシールド板を3枚置くことで枠の温度を70℃に抑えた以外は、実施例2と同様にフロッピーディスクを作成した。

【0054】(実施例4) 赤外線ヒータの位置を枠側に移動して枠の温度を210℃とした以外は、実施例1と同様にフロッピーディスクを作成した。

【0055】(実施例5) シールド板の厚みを0.5mm

mとし棒の温度を150℃とした以外は、実施例2と同様にフロッピーディスクを作成した。

【0056】(実施例6) 棒と赤外線ヒータの間に水冷型シールド板を置くことで棒の温度を25℃に抑えた以外は、実施例1と同様にフロッピーディスクを作成した。シールド板は、棒と同型状でやや寸法を大きくし完全に棒をカバーできるものを用いた。

【0057】(比較例1) 特開平10-111734号の実施例に記載された装置を用いて片面ずつ成膜した以外は実施例1と同様にフロッピーディスクを作成した。

【0058】(比較例2) 非磁性下地層、磁性層及び保護層を片面ずつ成膜した以外は実施例1と同様にフロッピーディスクを作成した。

【0059】(比較例3) 非磁性下地層、磁性層及び保護層を片面ずつ成膜した以外は実施例3と同様にフロッピーディスクを作成した。

【0060】(カールの評価方法) 3.7インチのフロッピーディスクの中央をリングで押さえ、垂直に保持し、毎分約1回転で回転させながら、内周から外周まで光センサーで、媒体の変位を求め、最大変位と最小変位の差をカールとして測定した。

【0061】(サーマルアスベリティーの評価) Read width=2.2μm、Read gap=0.2

6μmのMRヘッドを搭載した負圧スライダーをトランスバース型サスペンションに取り付け、1対のヘッドアッセンブリを作成した。このヘッドアッセンブリを上下のヘッド荷重がともに34.3mN(3.5gf)となるようにフロッピーディスクを挟み込んだ。このヘッドアッセンブリの中心高さはディスク最内周の高さと一致するように、ヘッドロード位置を調整した。この状態でディスクを3600rpmで回転させ、上側のヘッドを用い、半径3.2mmの位置において線記録密度100KFCIで信号の記録再生を行い、C/N(信号とノイズの比)を測定した。次に信号を記録していない半径20mm～30mmの範囲において、0.1mm刻みでヘッドをスキャンさせ、ヘッド出力を計測した。このヘッド出力においてC/N測定時に出力値と同じ電圧をスレッシュホールドレベルとして、このスレッシュホールドレベル以上の出力が観察された部分をサーマルアスベリティーとして、その発生数を測定した。

【0062】結果を表1に示す。表1においてTA数として記載したものが、サーマルアスベリティーの発生数である。

【0063】

【表1】

	棒	成膜方法	成膜時の棒温度 (℃)	カール (mm)	TA数
実施例1	円形棒	両面同時	200	0.6	7
実施例2	円形棒	両面同時	120	0.5	2
実施例3	円形棒	両面同時	70	0.4	2
実施例4	円形棒	両面同時	210	0.7	8
実施例5	円形棒	両面同時	150	0.6	5
実施例6	円形棒	両面同時	25	0.3	1
比較例1	棒なし	片面ずつ	—	1.2	110
比較例2	円形棒	片面ずつ	200	1.1	21
比較例3	円形棒	片面ずつ	70	1.1	70

【0064】表1から明らかなように、両面同時に成膜した場合(実施例1～6)には、片面ずつ成膜した場合(比較例1～3)に比べて、カールの大きさが小さく、またサーマルアスベリティーの発生数が少なかった。また、両面同時に成膜する場合において、成膜時の棒の温度が25℃～170℃である場合(実施例2、3、5、6)には、棒の温度がそれ以上である場合(実施例1、4)に比べて、さらにカールの大きさが小さく、サーマルアスベリティーの発生数が少なかった。また、片面ずつ成膜した比較例において、棒を用いないで成膜した場合(比較例1)には棒を用いて成膜した場合(比較例2、3)に比べてサーマルアスベリティーの発生が圧倒的に多かった。この棒の有無は片面ずつ成膜した場合の例であるが、両面同時に成膜する場合における棒の効果を推定する材料とすることができた。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による磁気記録媒体の層構成の一例を示す部分断面図

【図2】可撓性支持体の両面に同時にスパッタリングを行うスパッタリング装置の一例を示す概略断面図

【図3】図2の基板とホルダー部を拡大した部分拡大断面図

【図4】ホルダー部の別の態様を示す断面図

【図5】基板と円環状の棒との関係を示す図

【図6】基板と四角状の棒との関係を示す図

【図7】磁気記録媒体方式の動作状態を示す概略斜視図

【図8】スライダー及びMRヘッドの構造例を示す図

【符号の説明】

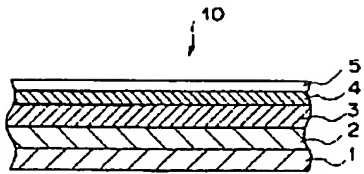
- 1 可撓性支持体
- 2 非磁性下地層
- 3 磁性層
- 4 保護層



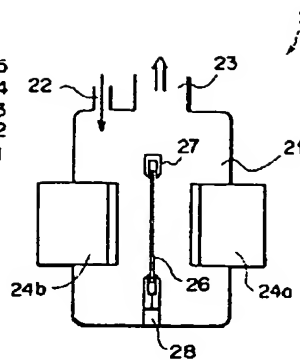
5 潤滑層  
10 磁気記録媒体

20 スパッタリング装置  
27 棒

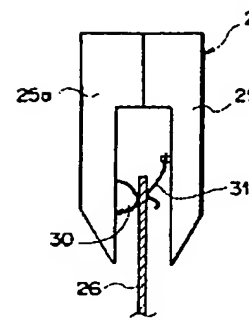
【図1】



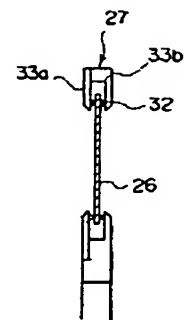
【図2】



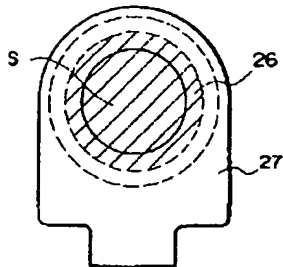
【図3】



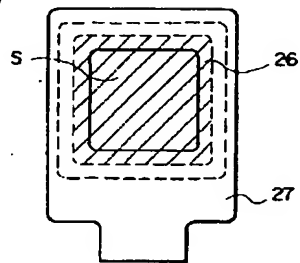
【図4】



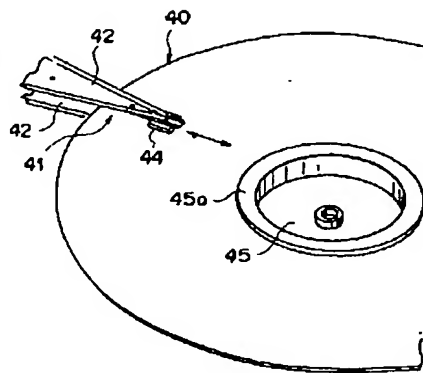
【図5】



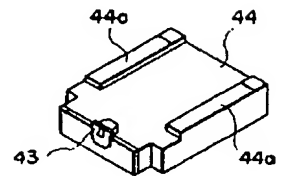
【図6】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 臼杵 一幸  
神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

(72)発明者 中田 純司  
神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フイルム株式会社内

Fターム(参考) 5D006 AA01 BB01 DA02 DA09 EA03  
FA00  
5D112 AA05 AA07 AA12 AA24 BB05  
BC05 FA04 FA09 KK01